

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

  
**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Off nlegungsschrift  
11 DE 39 26 005 A 1

21 Aktenzeichen: P 39 26 005.4  
22 Anmeldetag: 5. 8. 89  
43 Offenlegungstag: 7. 2. 91

51 Int. Cl. 5:  
C 08 L 23/06  
C 08 L 83/08  
C 08 J 3/05  
D 06 M 15/643  
// (D06M 15/643,  
101:02,  
101:16)D06M 13/02,  
15/423,B01F 17/42

DE 3926005 A1

71 Anmelder:

Chemische Fabrik Pfäferssee GmbH, 8901 Langweid,  
DE

72 Erfinder:

Kästele, Xaver, 8902 Neusäß, DE; Chrobaczek,  
Harald, Dr., 8900 Augsburg, DE; Tschida, Günther,  
8930 Schwabmünchen, DE; Schlichting, Ingeborg,  
8939 Ettringen, DE

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

GB	11 98 615
US	47 67 646
US	42 11 815
US	38 53 607

Derwent Abstracts 88-356389/50 zu JP 63 265955;  
Derwent Abstracts 88-310811/44 zu jp 63 227680;

54 Zusammensetzung in Form einer wäßrigen Dispersion und Verfahren zur Behandlung von Fasermaterialien

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Zusammensetzung  
in Form einer wäßrigen Dispersion, enthaltend

(1) in bekannter Weise dispergiertes Polyethylen mit be-  
stimmten physikalischen Daten,

(2) Organopolysiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Grup-  
pen in dispergierter Form, bei welchen der Stickstoff zumin-  
dest teilweise in Form von Amidogruppen und der Rest in  
Form von primären und sekundären Aminogruppen vorliegt  
und

(3) gegebenenfalls bekannte Weichmachungsmittel in dis-  
pergierter oder gelöster Form.

Außerdem wird ein Verfahren zur weichmachenden Be-  
handlung von Fasermaterialien beansprucht.

Mit dem Gegenstand der Erfindung gelingt es erstmals, Po-  
lyethylen dispersionen und Polysiloxane mit Stickstoff-ent-  
haltenden Gruppen in Dispersionsform zu kombinieren,  
wobei in ihrer Gesamtheit überragende Resultate erzielt  
werden.

DE 3926005 A1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Zusammensetzung in Form einer wäßrigen Dispersion, die Polyethylenwachs mit bestimmten Kenndaten, Polyorganosiloxane mit stickstoffhaltigen Gruppen, die zumindest teilweise in bestimmter Art modifiziert sind, und gegebenenfalls bekannte Weichmachungsmittel in dispergierter oder gelöster Form enthält. Außerdem wird ein Verfahren zur weichmachenden Behandlung von Fasermaterialien vorzugsweise mit diesen Zusammensetzungen beansprucht.

Es ist seit langem bekannt, mit wäßrigen Dispersionen anoxidiertem Polyethylen ("Polyethylenwachse") die technologischen Eigenschaften, wie z. B. die Reißfestigkeit und den Glanz von Geweben zu verbessern (vgl. zum Beispiel DE-B 16 19 065). Desgleichen sind aminoalkylgruppenhaltige Polyorganosiloxane bekannt, die unter anderem auch zur Behandlung von Textilien dienen, welchen sie einen sehr angenehmen, weichen Griff, den "Silikongriff", verleihen (vgl. zum Beispiel GB-A 20 36 052 und DE-A 37 23 697).

Versucht man nun, derartige Polyethylen dispersionen mit Dispersionen von Aminoalkylgruppen-enthaltenden Polyorganosiloxanen in einem Produkt zu vereinen, um bei der Behandlung von Fasermaterialien die diesen beiden Produktklassen innewohnenden wertvollen Eigenschaften ausnützen zu können, so ergeben sich hier unerwartete, erhebliche Schwierigkeiten.

Die Vereinigung derartiger Dispersionen führt häufig zu Instabilitäten, die bis zu einer Verpastung der Dispersion führen. Oft verfärben sich auch — insbesondere bei erhöhten Temperaturen — derartige Dispersionen, sie werden gelb bis bräunlich. Damit ist ihre Anwendung auf Textilien beeinträchtigt oder doch zumindest eingeschränkt. Schließlich ist auch noch anzumerken, daß sich bei der Anwendung der Dispersion nach dem Stand der Technik zur Behandlung von Fasermaterial, vor allem von Textilien im Foulardverfahren, insbesondere bei der Kombination mit anderen in der Textilindustrie üblichen Hilfsmitteln, hier sind vor allem Zellulosevernetzer zu nennen, sehr leicht Walzenbelag bildet, der zu kaum wieder entfernbaren Flecken führt.

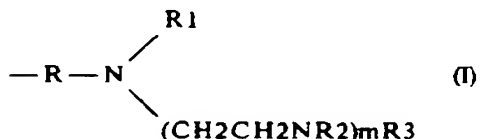
Die Erfinder haben sich die Aufgabe gestellt, diese Schwierigkeiten zu überwinden.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß die geschilderten Nachteile mit den spezifischen Zusammensetzungen, wie sie im Patentanspruch 1 beschrieben werden, nicht auftreten. In den Unteransprüchen 2 bis 10 werden bevorzugte Ausführungsformen beansprucht. Außerdem wird in den Ansprüchen 11 bis 15 ein Verfahren zur weichmachenden Behandlung von Fasermaterialien unter Schutz gestellt.

Das in dem Bestandteil (1) enthaltene emulgierbare Polyethylen (Polyethylenwachs) ist bekannt und im Stand der Technik (vgl. zum Beispiel DE-C 23 59 966, DE-A 28 24 716 und DE-A 19 25 993) ausführlich beschrieben. In aller Regel handelt es sich bei dem emulgierbaren Polyethylen um solches mit funktionellen Gruppen, insbesondere COOH-Gruppen, die teilweise verestert sein können. Diese funktionellen Gruppen werden durch Oxidation des Polyethylens eingeführt. Es ist aber auch möglich, durch Copolymerisation von Ethylen mit z. B. Acrylsäure die Funktionalität zu erhalten. Die im Bestandteil (1) enthaltenen emulgierbaren Polyethylene weisen bei 20°C eine Dichte von mindestens 0,91 g/cm<sup>3</sup>, eine Säurezahl von mindestens 5 und eine Verseifungszahl von mindestens 10 auf. Besonders bevorzugt sind die erfindungsgemäßen Ausrüstungsmittel solcher emulgierbarer Polyethylene, die eine Dichte bei 20°C von 0,95 bis 1,05 g/cm<sup>3</sup>, eine Säurezahl von 10 bis 60 und eine Verseifungszahl von 15 bis 80 besitzen. Im Handel ist dieses Material im allgemeinen in Form von Schuppen, Pastillen und ähnlichem zu haben. Der Bestandteil (1), also die Dispersion des emulgierbaren Polyethylens, wird in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung in Mengen von 5 bis 95, insbesondere 55 bis 90 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung und bezogen auf eine 20- bis 35%ige Dispersion, gerechnet als Aktivsubstanz, eingesetzt.

Das Polyethylenwachs wird in Form von Dispersionen eingesetzt. Zu deren Herstellung sind unterschiedliche Emulgatoren geeignet. Diese Emulgatoren können den Weichgriffeffekt der Zusammensetzungen bei deren Anwendung unterstützen. Die Herstellung der Dispersionen ist im Stand der Technik ausführlich beschrieben. Bevorzugt werden nichtionogene Emulgatoren, insbesondere ethoxylierte Alkylphenole und Ethoxylate von verzweigt-kettigen Alkoholen, wobei diese in der Regel in Mengen von 20 bis 35 Gew.-%, bezogen auf das zu emulgierende Polyethylenwachs, eingesetzt werden. Als besonders geeignet haben sich Alkylphenol- und die genannten Alkohol-Ethoxylate mit ca. 5 bis 25 angelagerten Ethylenoxid-Einheiten erwiesen.

Bei dem Bestandteil (2) der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen handelt es sich um ausgewählte Polyorganosiloxane in dispergierter Form. Die Polyorganosiloxane enthalten Stickstoff-enthaltende Gruppen, wobei jede Gruppe mindestens ein, vorzugsweise aber zwei Stickstoffatome enthält. Die Polyorganosiloxane enthalten dabei mindestens 2 derartige Gruppen, die über Kohlenwasserstoffreste an das Silicium gebunden sind. Die Stickstoff-enthaltenden Gruppen entsprechen im allgemeinen der Formel



worin m=0 oder 1 ist, R einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen, der auch durch eine Sauerstoffbrücke unterbrochen sein kann, bevorzugt einen Kohlenwasserstoffrest mit 3 oder 4 Kohlenstoffatomen bedeutet und worin R1 gleich Wasserstoff, ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder der Rest —COR4, R2 gleich Wasserstoff, ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder der Rest —COR4, R3 gleich Wasserstoff oder ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R4 ein ggfs. substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, mit der Maßgabe, daß R1 und R2 im Durchschnitt in der Summe zumindest zu 25%, bevorzugt zu 50 bis 100%, den Rest —COR4 bedeuten, wobei die von R1 und R2 zu 100% fehlenden

Anteile, unabhängig voneinander, Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeuten.

Wie aus dieser Formel und deren Erläuterung hervorgeht, ist es erfindungswesentlich, daß der Stickstoff in den Stickstoff enthaltenden Gruppen zumindest zu 25%, bevorzugt zu 50 bis 100% in Form von Amidogruppen vorliegt. Besonders bevorzugt sind solche Polyorganosiloxane, in denen nach der oben angegebenen Formel  $m = 1$  ist.

Der Durchschnittswert von mindestens 25% Resten der Formel —COR4 nach obiger Formel (oder entsprechend höhere Durchschnittswerte) kann auch dadurch erreicht werden, daß Polyorganosiloxane mit Stickstoff enthaltenden Gruppen, in denen der Stickstoff ausschließlich in Form von primären und ggfs. sekundären Aminogruppen vorliegt, mit einem Polyorganosiloxan mit einem entsprechenden höheren Anteil an Amidogruppen vermischt werden. In diesem Sinne ist das "im Durchschnitt" zu verstehen.

Die Stellung der Stickstoff-enthaltenden Gruppen kann sowohl endständig als auch seitenständig sein. Aus den obigen Ausführungen geht hervor, daß die Stickstoff-Atome in den Stickstoff-enthaltenden Gruppen in Form primärer oder sekundärer Aminogruppen und in Form von Amidogruppen (—NHCO—) vorliegen.

Eine gewisse Rolle spielt auch der Polymerisationsgrad der Polysiloxane. Im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens zur weichmachenden Behandlung von Fasermaterial sind Zusammensetzungen (bzw. deren Bestandteile (2)) brauchbar, in denen die zugrunde liegende Organopolysiloxane bei 20°C eine Viskosität bis zu 100 000 mPa · s, insbesondere von 100 bis 20 000 mPa · s, ganz besonders bevorzugt von 100 bis 5000 mPa · s aufweisen, da hiermit besonders günstige Effekte erzielt werden. Nicht brauchbar sind Organopolysiloxane mit einer Viskosität über 100 000 mPa · s, da diese bei der Anwendung im Foulardverfahren hinsichtlich Walzenbelag zu Schwierigkeiten führen.

Neben den zwangsweise vorhandenen, oben näher erläuterten Gruppen und den Angaben zur Viskosität, bestehen hinsichtlich der verwendbaren Polysiloxane keine besonderen Einschränkungen. So können gerad- und verzweigt-kettige Polysiloxane, insbesondere Polydimethylsiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen, die auch endständige OH-Gruppen, seitenständige Kohlenwasserstoff- oder substituierte Kohlenwasserstoffreste, wie Vinyl- und Phenylreste oder auch geringe Mengen an Silicium gebundenen Wasserstoff enthalten, eingesetzt werden, und der Fachmann wird keinerlei Mühe haben, die richtigen Ausgangssubstanzen auszuwählen.

Die Herstellung der als Bestandteil (2) eingesetzten Dispersionen ist bekannt. Auch hier wird der Fachmann keine Mühe haben, das für das jeweilige Organopolysiloxan geeignete Verfahren mit den dazu geläufigen Emulgatoren auszuwählen. Hierzu sei beispielsweise auf die GB-B 15 70 983, EP-A 1 38 192 und DE-A 37 23 697 verwiesen. Es können also grundsätzlich alle nach bekannten Verfahren hergestellten Dispersionen (2) eingesetzt werden, wobei die sogenannten Mikroemulsionen besonders geeignet sind. Als Emulgatoren werden generell nichtionogene bevorzugt. Besonders bewährt haben sich Sekundäralkoholethoxylate und Ethoxylate von verzweigt-kettigen Alkoholen sowie Alkylphenoethoxylate mit in der Regel 3 bis 15, insbesondere 5 bis 10 Ethylenoxideinheiten je Alkohol- bzw. Phenolrest. Die Emulgatoren werden in der Regel in Mengen von 10 bis 80 Gew.-%, bezogen auf das zu emulgierende Siloxan, eingesetzt.

Polyorganosiloxane der angegebenen Art sind im Handel erhältlich und werden beispielsweise von der Firma Dow Corning Corp. unter der Bezeichnung X2-8088 und Q2-8357 vertrieben.

Die Konzentration der Dispersionen (Bestandteil 2) bewegt sich in üblichem Rahmen, wobei 10 bis 40%ige Dispersionen am häufigsten zur Anwendung kommen.

Diese Dispersionen (Bestandteil 2) werden in den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen in Mengen von 5 bis 95, insbesondere 10 bis 45 Gew.-% (bezogen auf eine 10- bis 20%ige Dispersion, gerechnet als Aktivsubstanz) verwendet.

Gegebenenfalls können die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen als Bestandteil (3) bekannte Weichmachungsmittel in dispergierter oder gelöster Form enthalten.

Als solche bekannte Weichmachungsmittel sind grundsätzlich alle bekannten derartigen Stoffe, soweit die Verträglichkeit mit den Bestandteilen (1) und (2) gegeben ist, geeignet. Als bevorzugte Beispiele seien hydrophilisierend wirkende Silikone genannt. Im allgemeinen handelt es sich um Polydimethylsiloxane, die Polyethoxy- bzw. Polypropoxy- bzw. Polyethoxy-/propoxygruppen eingebaut enthalten.

Weitere bekannte Bestandteile (3) sind Paraffinemulsionen oder die aus der DE-C 23 18 906 bekannten Kondensationsprodukte.

Die Bestandteile (3) sind in den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen in Mengen von 0 bis 30, insbesondere 0 bis 15 Gew.-%, bezogen auf eine 20- bis 30%ige Dispersion bzw. Lösung, enthalten.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung gelingt in einfacher Weise durch Vermischen der Bestandteile, vorteilhaft bei normaler bis leicht erhöhter Temperatur. Dabei stellt sich ein pH-Wert von etwa 7 bis 9 ein.

Weiterhin gehört zum Gegenstand der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur weichmachenden Behandlung von Fasermaterialien, insbesondere von Textilmaterial. Es ist dabei ohne weiteres möglich, aus den Bestandteilen (1), (2) und gegebenenfalls (3) in bekannter Weise Ausrüstungsflotten zu bereiten, das Material damit zu behandeln und in bekannter Weise durch Trocknen und gegebenenfalls Erhitzen bzw. Kondensieren fertigzustellen. Besonders bevorzugt wird dabei das erfindungsgemäße Ausrüstungsverfahren in wäßriger Flotte ausgeführt, wobei besonders bevorzugt die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen zum Einsatz kommen.

Die Faser- insbesondere Textilbehandlung erfolgt mit solchen Mengen der Bestandteile (1), (2) und gegebenenfalls (3) bzw. der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen, daß auf dem behandelten Material eine Auflage von etwa 0,2 bis 3 Gew.-% Aktivsubstanz (Polyethylenwachs/Organopolysiloxan mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen und ggfs. Aktivsubstanz des Bestandteiles (3)) resultiert. Dazu werden die Materialien mit Flotten, die 15 bis 80, insbesondere 20 bis 60 g/l der Zusammensetzungen bzw. entsprechende Mengen der genannten Bestandteile enthalten, z. B. im Foulardverfahren, eingesetzt. Beim ebenfalls anwendbaren Ausziehverfahren sind entsprechende Mengen heranzuziehen. Selbstverständlich können auch alle anderen bekannten Verfahren

zum Einsatz kommen.

Grundsätzlich ist es ohne weiteres auch möglich, die weichmachende Faserbehandlung mit anderen bekannten Ausrüstungsverfahren zu kombinieren. Sollen z. B. Textilmaterialien erfindungsgemäß behandelt werden, so seien als Beispiele für verwendbare bekannte Ausrüstungsmittel Appertur- und Schiebefestmittel, Antistatika und Zellulosevernetzer sowie gegebenenfalls die zur Aushärtung notwendigen Katalysatoren genannt. Die Mengen der dabei mitverwendeten üblichen Textilhilfsmittel sind dem Fachmann bekannt.

Unter Fasermaterialien sind Papier, Leder, insbesondere aber Textilien zu verstehen, die in Form von Geweben, Gewirken oder auch Vliesen vorliegen können. Sie können dabei aus natürlichen (z. B. Baumwoll-, Wollfasern) oder synthetischen Fasern (z. B. Polyester-, Polyamid-, Polyacrylnitrilfasern) bestehen, wobei die Textilien selbstverständlich auch aus allen bekannten Fasermischungen aufgebaut sein können.

Mit dem erfindungsgemäßen Gegenstand gelingt es erstmals Polyethyldispersionen und Polysiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen in Dispersionsform zu kombinieren, wobei gleichzeitig — und das ist besonders überraschend —

- gegen Verfärbung — auch bei höherer Temperatur während längerer Zeit — weitgehend beständige Produkte entstehen, die
- bei der Lagerung auch keine Verpastung zeigen und
- mechanisch stabile Flotten auch in Gegenwart von Zellulosevernetzern liefern, wobei
- keine Walzenbeläge bei der üblichen Foulardmethode entstehen, selbst dann nicht, wenn sie zusammen mit Zellulosevernetzern angewandt werden.

Die Fachwelt hat in der Vergangenheit erhebliche Anstrengungen unternommen, um dieses vielschichtige Problem in den Griff zu bekommen. Aber erst mit dem Gegenstand der Erfindung ist die Lösung desselben gelungen, wobei die überragende Rolle den in dem Bestandteil (2) verwendeten modifizierten Polyorganosiloxanen zukommt.

Die vorliegende Erfindung wird nun anhand des nachfolgenden Beispiels näher erläutert, wobei Prozentangaben = Gewichtsprozent bedeuten.

#### Beispiel

##### Herstellung der Dispersion A

150 g des Handelsproduktes "Q2-8357" werden in 850 g einer wäßrigen, 3,3 g 60%ige Essigsäure enthaltenden Lösung von 30 g eines sekundären C11—15 Alkoholethoxylats (durchschnittlich 5 Ethoxygruppen) und 70 g eines sekundären C11—15 Alkoholethoxylats (mit durchschnittlich 7 Ethoxygruppen) entsprechend den Angaben der DE-A 37 23 697 emulgiert.

Außerdem wird eine Polyethylenwachsdispersion in bekannter Weise durch Erhitzen der Bestandteile auf ca. 110°C bei leichtem Überdruck unter Verwendung der folgenden Bestandteile hergestellt: 281 g eines Polyethylenwachses (Säurezahl 20 bis 30, Verseifungszahl 30 bis 50, Dichte bei 20°C ca. 0,96 g/cm<sup>3</sup>) und 719 g einer 4,5 g KOH enthaltenden wäßrigen Lösung von 63 g eines Isotridecylethoxylates mit durchschnittlich 8 Ethoxygruppen und 16 g eines Isotridecylethoxylates mit durchschnittlich 20 Ethoxygruppen.

Die Dispersion A wird nun durch Mischen von 3 Teilen der Polysiloxanemulsion mit 7 Teilen der Polyethylenwachsdispersion hergestellt, wobei sich eine weiße, feinteilige Dispersion mit einem pH-Wert von 7,6, einer Trübungszahl von 9 (gemessen mit dem Durchlichttrübungsmesser der Firma Dr. Lange bei einer Verdünnung von 1 g/l) und einer Viskosität von 25 mPa · s, die während einer mindestens 7tägigen Lagerung bei 60°C konstant bleibt, bildet.

##### Herstellung der Vergleichsdispersion B

66 Teile einer Polyethylenwachsdispersion, die durch Emulgierung von 280 g Polyethylenwachs (Daten siehe Dispersion A) in 720 g einer 4 g KOH enthaltenden wäßrigen Lösung und 45 g eines Nonylphenoethoxylates mit durchschnittlich 9 Ethoxygruppen und 28 g eines Fettalkoholpolyglykolethers mit durchschnittlich 7 Ethoxygruppen bei 110°C in gleicher Weise erhalten wurde, werden mit 34 Teilen einer Silikonemulsion, die durch Emulgierung von 250 g eines ausschließlich Aminoethylaminopropylgruppen als stickstoffhaltige Gruppen enthaltenden Polydimethylsiloxans (Viskosität 350 mPa · s, Stickstoffgehalt 0,7%) in 750 g einer wäßrigen, 30 g Propylenglykol enthaltenden Lösung von 30 g eines Emulgatorgemisches aus C10 bis 12 Alkoholethoxylats mit durchschnittlich 6 Ethoxygruppen erhalten wurde, gemischt. Es wird eine leicht gelbliche Dispersion erhalten.

##### Überprüfung der Lagerstabilität

Werden die Dispersionen A bis B längere Zeit bzw. bei erhöhter Temperatur gelagert, so tritt eine unterschiedliche Verfärbung ein. Während die erfindungsgemäße Dispersion A bei der Lagerung nur eine geringe Farbvertiefung erleidet, zeigt die Dispersion nach dem Stand der Technik hier deutliche Nachteile. Einzelheiten können der nachfolgenden Tabelle entnommen werden:

Dispersion	Farbe der Dispersion Original	nach 1 Monat bei Raumtemp.	nach 1 Tag bei 60°C	nach 1 Woche bei 60°C
A) erfindungsgemäß	weiß	leicht gelblich	leicht gelblich	gelblich
B) Stand der Technik	leicht gelblich	gelbbraun	gelblich bis gelb	stark gelbbraun

5

### Überprüfung der mechanischen Stabilität

10

Zur Überprüfung der mechanischen Stabilität (Schüttelstabilität und Walzenbelag) werden mit den wie oben beschrieben hergestellten Dispersionen wäßrige Flotten hergestellt, die neben 35 g/l der Dispersionen A bzw. B noch

55 g/l eines ca. 75%igen Zellulosevernetzers (mit Methanol veretherter Dimethyldihydroxyethylenharnstoff),  
16,5 g/l Magnesiumchloridhexahydrat und  
0,2 g/l Natriumfluoroborat

15

enthalten.

Diese Flotten werden nun wie folgt getestet:

20

#### a) Schüttelstabilität

Dazu werden 300 ml dieser Flotten in eine 500 ml Weithalsflasche zusammen mit 20 x 35 cm großen Stoffstücken (Baumwollinlet mit 130 g/m<sup>2</sup>) 1 Stunde bei 250 Schwingungen pro Minute (Amplitude 1,9 cm) geschüttelt. Anschließend werden die Stoffmuster abgequetscht und 10 Minuten bei 110°C getrocknet.

25

#### b) Walzenbelag

Dazu werden die Flotten auf einer kontinuierlich laufenden Foulardanlage eingesetzt (Laufzeit 1 Stunde). Das Prüfgewebe ist Baumwollkörper (240 g/m<sup>2</sup>).

30

Nach dem Test werden die Flotten, die Foulardwalzen und die Gewebemuster begutachtet und dabei folgendes Ergebnis erhalten:

Dispersion	Schüttelprobe Flotte	Foulard- walze	Gewebe	Walzenbelag Flotte	Foulard- walze	Gewebe
A) erfindungs- gemäß	keine Aus- fällungen	kein Rückstand	keine Flecken	unverändert	keine Ab- lagerungen	keine Flecken
B) (Stand der Technik)	starke Aus- fällungen	deutliche Rückstände	deutliche Flecken	deutliche Ausfällungen	starke Ab- lagerungen	starke Flecken- bildung

35

40

Die Überlegenheit der Erfindung wird durch diese Gegenüberstellung deutlich.

45

#### Ausrüstung

Mit den wie oben beschrieben hergestellten Flotten wird ein Baumwollpopelin (ca. 120 g/m<sup>2</sup>) foulardiert (Flottenaufnahme ca. 72%) und nach dem Trocknen (10 Minuten bei 100°C) noch kurzfristig bei 140°C kondensiert.

50

Die Gewebe zeigen neben einer guten Knitterfestigkeit einen sehr weichen, angenehm fließenden Griff. Es ist dabei zwischen den einzelnen Flotten keine Differenzierung des Griffverhaltens möglich. Im Weißgradverhalten aber zeigt das unter Verwendung der Dispersion B behandelte Gewebe gegenüber dem anderen Gewebe eine deutlich erkennbare Vergilbung.

55

#### Patentansprüche

##### 1. Zusammensetzung in Form einer wäßrigen Dispersion enthaltend

60

(1) in bekannter Weise dispergiertes Polyethylenwachs mit einer Dichte bei 20°C von mindestens 0,91 g/cm<sup>3</sup>, einer Säurezahl von mindestens 5 und einer Verseifungszahl von mindestens 10,

(2) Polyorganosiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen in dispergierter Form, bei welchen der Stickstoff im Durchschnitt zumindest zu 25%, bezogen auf die Gesamtzahl der Stickstoff-enthaltenden Gruppen, in Form von Amidgruppen und der Rest in Form von primären und sekundären Amino-

65

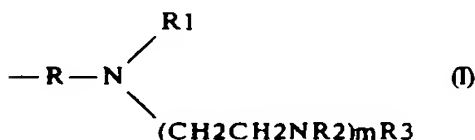
gruppen vorliegt und

(3) gegebenenfalls bekannte Weichmachungsmittel in dispergierter oder gelöster Form.

##### 2. Zusammensetzung nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Bestandteil (1) Polyethylen-

wachs (= emulgierbare Polyethylene) mit einer Dichte von 0,95 bis 1,05 g/cm<sup>3</sup>, einer Säurezahl von 10 bis 60 und einer Verseifungszahl von 15 bis 80 in dispergierter Form enthalten sind.

3. Zusammensetzung nach den Patentansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Polyorganosiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen im Bestandteil (2) Polydialkylsiloxane enthalten sind, deren Stickstoff-enthaltende Gruppen der Formel



entsprechen, worin  $m=0$  oder  $1$  ist, R einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen, der auch durch eine Sauerstoffbrücke unterbrochen sein kann, bevorzugt einen Kohlenwasserstoffrest mit 3 oder 4 Kohlenstoffatomen bedeutet und worin R1 gleich Wasserstoff, ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder der Rest  $\text{---COR}_4$ , R2 gleich Wasserstoff, ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder der Rest  $\text{---COR}_4$ , R3 gleich Wasserstoff oder ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R4 ein ggfs. substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, mit der Maßgabe, daß R1 und R2 in der Summe im Durchschnitt zumindest zu 25% den Rest  $\text{---COR}_4$  bedeuten.

4. Zusammensetzungen nach einem oder mehreren der Patentansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Polyorganosiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen im Bestandteil (2) Polydialkylsiloxane enthalten sind, in welchen die Reste R1 und R2 im Durchschnitt zu 50 bis 100% dem Rest  $\text{---COR}_4$  entsprechen und wobei m, R, R1, R2, R3 und R4 die zu der Formel I festgelegte Bedeutung zugrunde liegt.

5. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Patentansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Polyorganosiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen im Bestandteil (2) Polydialkylsiloxane enthalten sind, in welchen  $m=1$  ist, die Reste von R1 und R2 in der Summe zu 50 bis 100% dem Rest  $\text{---COR}_4$  entsprechen und wobei m, R, R1, R2, R3 und R4 zu der Formel I festgelegte Bedeutung zugrunde liegt.

6. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Patentansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Bestandteil (1) zu 5 bis 95 Gew.-% (in Form einer 20- bis 35%igen Polyethylenwachs-Dispersion) und der Bestandteil (2) zu 95 bis 5 Gew.-% (in Form einer 10- bis 20%igen Dispersion eines Polyorganosiloxans mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen), enthalten sind, wobei die Summe aller Bestandteile 100 Gew.-% ausmacht.

7. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Patentansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß von dem Bestandteil (1) 55 bis 90 Gew.-%, von dem Bestandteil (2) 10 bis 45 Gew.-% und von dem Bestandteil (3) 0 bis 30 Gew.-% (in Form einer 20- bis 30%igen Weichmachungsmittel enthaltenden Dispersion bzw. Lösung) enthalten sind, wobei die Summe aller Bestandteile 100 Gew.-% ausmacht.

8. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Patentansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Bestandteil (1) unter Verwendung von nichtionogenen Emulgatoren, insbesondere von ethoxylierten Alkylphenolen und/oder von ethoxylierten verzweigt-kettigen Alkoholen hergestellt worden ist, wobei die Emulgatoren in Mengen von 20 bis 35 Gew.-%, bezogen auf das Polyethylenwachs, eingesetzt worden sind.

9. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Patentansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Bestandteil (2) unter Verwendung von nichtionogenen Emulgatoren, insbesondere von Sekundäralkoholethoxylaten, Ethoxylaten von verzweigt-kettigen Alkoholen und/oder Alkylphenoethoxylaten hergestellt worden ist, wobei die Emulgatoren in Mengen von 10 bis 80 Gew.-%, bezogen auf das Polysiloxan, eingesetzt worden sind.

10. Zusammensetzungen nach einem oder mehreren der Patentansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß als Bestandteil (3) hydrophilisierend wirkende Polyorganosiloxane und/oder Paraffine in dispergierter oder gelöster Form enthalten sind.

11. Verfahren zur weichmachenden Behandlung von Fasermaterialien, insbesondere Textilmaterial, dadurch gekennzeichnet, daß die Materialien in üblicher Weise mit

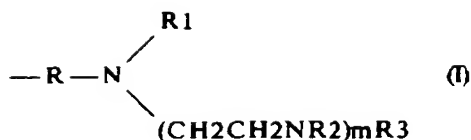
(1) in bekannter Weise dispergiertem Polyethylenwachs mit einer Dichte von 20 Grad C von mindestens 0,91 g/cm<sup>3</sup>, mit einer Säurezahl von mindestens 5 und einer Verseifungszahl von mindestens 10,

(2) Polyorganosiloxanen mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen in dispergierter Form, bei welchen der Stickstoff im Durchschnitt zumindest zu 25%, bezogen auf die Gesamtzahl der Stickstoff-enthaltenden Gruppen, in Form von Amidogruppen und der Rest in Form von primären und sekundären Aminogruppen vorliegt und

(3) gegebenenfalls bekannten Weichmachungsmitteln in dispergierter oder gelöster Form behandelt und dann die Materialien in bekannter Weise durch Trocknen und gegebenenfalls Erhitzen fertiggestellt werden.

12. Verfahren nach Patentanspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Bestandteil (1) Polyethylenwachs (= emulgierbare Polyethylene) mit einer Dichte von 0,95 bis 1,05 g/cm<sup>3</sup>, einer Säurezahl von 10 bis 60 und einer Verseifungszahl von 15 bis 80 in dispergierter Form und als Bestandteil (2) Polyorganosiloxane mit Stickstoff-enthaltenden Gruppen in dispergierter Form eingesetzt werden, deren Stickstoff-enthaltende Gruppen der Formel





5

entsprechen, worin  $m = 0$  oder  $1$  ist, R einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen, der auch durch eine Sauerstoffbrücke unterbrochen sein kann, bevorzugt einen Kohlenwasserstoffrest mit 3 oder 4 Kohlenstoffatomen bedeutet und worin R1 gleich Wasserstoff, ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder der Rest  $-\text{COR}_4$ , R2 gleich Wasserstoff, ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder der Rest  $-\text{COR}_4$ , R3 gleich Wasserstoff oder ein Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R4 ein ggfs. substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, mit der Maßgabe, daß R1 und R2 in der Summe im Durchschnitt zumindest zu 25% den Rest  $-\text{COR}_4$  bedeuten.

10

13. Verfahren nach mindestens einem der Patentansprüche 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Zusammensetzung nach einem der Patentansprüche 1 bis 10 in wäßriger Flotte eingesetzt werden.

15

14. Verfahren nach einem der Patentansprüche 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Bestandteile (1), (2) und gegebenenfalls (3) in wäßriger Flotte eingesetzt werden.

15. Verfahren nach einem oder mehreren der Patentansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß übliche Textilhilfsmittel, vor allem Schiebefestmittel, Antistatika und/oder Zellulosevernetzer mitverwendet werden.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

— Leerseite —